

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-279130

(43)公開日 平成5年(1993)10月26日

(51)Int.Cl.⁵

C 0 4 B 35/58

識別記号

3 0 2 N

1 0 2 F

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数 2(全 4 頁)

(21)出願番号 特願平4-71616

(22)出願日 平成4年(1992)3月27日

(71)出願人 000183266

住友セメント株式会社

東京都千代田区神田美土代町1番地

(72)発明者 小坂井 守

千葉県船橋市豊富町585番地 住友セメン

ト株式会社中央研究所内

(74)代理人 弁理士 土橋 皓

(54)【発明の名称】 炭化ケイ素-窒化ケイ素基複合材料及びその製造方法

(57)【要約】

【目的】緻密で、粒界相が少なく、高温強度、硬度及び靱性に優れた炭化ケイ素-窒化ケイ素基複合材料を提供する。

【構成】一般式 $(M_x (Si, Al)_2 (O, N)_6 (M; La, Ceを除く希土類元素、Mg又はCa、x; 0.1 \sim 1.0))$ で表わされる α -サイアロン粉30~89.5体積%、窒化ケイ素粉10~69.5体積%及び粒子径が0.05 μm 以下の炭化ケイ素粉0.5~30体積%よりなる混合粉末を成形後、0.1~10気圧の窒素雰囲気中で1600~1900℃で焼結してなる炭化ケイ素-窒化ケイ素基複合材料。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 一般式 $(M_x (Si, Al)_{12} (O, N)_{16})$ (式中MはLa、Ceを除く希土類元素、Mg又はCaを意味し、xは0.1～1.0を意味する) で表わされるα-サイアロン粉30～89.5体積%、窒化ケイ素粉10～69.5体積%及び粒子径が0.05 μm以下の炭化ケイ素粉0.5～30体積%よりなる混合粉末を成形後、0.1～10気圧の窒素雰囲気中で1600～1900℃で焼結してなることを特徴とする、炭化ケイ素-窒化ケイ素複合材料。

【請求項2】 一般式 $(M_x (Si, Al)_{12} (O, N)_{16})$ (式中MはLa、Ceを除く希土類元素、Mg又はCaを意味し、xは0.1～1.0を意味する) で表わされるα-サイアロン粉30～89.5体積%、窒化ケイ素粉10～69.5体積%及び粒子径が0.05 μm以下の炭化ケイ素粉0.5～30体積%を混合し、得られる混合粉末を成形後、0.1～10気圧の窒素雰囲気中で1600～1900℃で焼結することを特徴とする、炭化ケイ素-窒化ケイ素複合材料の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、緻密で、粒界相が少なく、高温強度、硬度及び靱性に優れた炭化ケイ素-窒化ケイ素複合材料及びその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 窒化ケイ素質セラミックスは、耐摩耗性及び高温特性に優れ、各種自動車部材料として注目されており、更なる高温強度、硬度、靱性等の向上を目的としてこの窒化ケイ素質セラミックス材と炭化ケイ素材との複合化の研究が進められている。

【0003】 炭化ケイ素材との複合化はその難焼結性のため、その焼結に際してはホットプレス等の加圧焼結法、焼結温度を高くするためのガス圧焼結法、多量の焼結助剤を添加する焼結法等が採用されている。

【0004】 しかしながら、ホットプレス等の加圧焼結法では複雑形状品の焼結が困難であるとともに、生産性や費用の面で問題があり、また、ガス圧焼結法では複雑形状品の焼結は可能ではあるが、やはり生産性や費用の面で問題がある。

【0005】 また、多量の焼結助剤の添加による常圧下での焼結法は、得られる焼結体の粒界相が厚く、高温強度、硬度の低下が大きく、従って炭化ケイ素添加の効果が低いという問題がある。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、前記従来技術の有する問題点を解決して、0.1～10気圧下で焼結することにより得られる、緻密で、粒界相が少なく、高温強度、硬度及び靱性に優れた炭化ケイ素-窒化ケイ素複合材料及びその製造方法を提供することを目的とする。

【0007】 本発明者は、特定のα-サイアロン粉、窒化ケイ素粉及び特定の粒子径の炭化ケイ素粉をそれぞれ特定の割合で使用するにより、緻密で、粒界相が少なく、高温強度、硬度及び靱性に優れた炭化ケイ素-窒化ケイ素複合材料を、0.1～10気圧下で焼結することができることを見出した。

【0008】

【課題を解決するための手段】 本発明の炭化ケイ素-窒化ケイ素複合材料は、一般式 $(M_x (Si, Al)_{12} (O, N)_{16})$ (式中MはLa、Ceを除く希土類元素、Mg又はCaを意味し、xは0.1～1.0を意味する) で表わされるα-サイアロン粉30～89.5体積%、窒化ケイ素粉10～69.5体積%及び粒子径が0.05 μm以下の炭化ケイ素粉0.5～30体積%よりなる混合粉末を成形後、0.1～10気圧の窒素雰囲気中で1600～1900℃で焼結してなることを手段とする。

【0009】 また、本発明の炭化ケイ素-窒化ケイ素複合材料の製造方法は、一般式 $(M_x (Si, Al)_{12} (O, N)_{16})$ (式中MはLa、Ceを除く希土類元素、Mg又はCaを意味し、xは0.1～1.0を意味する) で表わされるα-サイアロン粉30～89.5体積%、窒化ケイ素粉10～69.5体積%及び粒子径が0.05 μm以下の炭化ケイ素粉0.5～30体積%を混合し、得られる混合粉末を成形後、0.1～10気圧の窒素雰囲気中で1600～1900℃で焼結することを手段とする。

【0010】 前記α-サイアロン粉の割合は30～89.5体積%が好ましい。この割合が30体積%未満の場合には緻密な焼結体が得られず、89.5体積%を越える場合には靱性及び高温強度が低下する。

【0011】 また、α-サイアロンの粒径は2 μm以下が好ましい。

【0012】 前記窒化ケイ素粉の割合は10～69.5体積%が好ましい。この割合が10体積%未満の場合には靱性及び高温強度が低下し、69.5体積%を越える場合には緻密な焼結体が得られない。

【0013】 また、窒化ケイ素粉としてはα率90%以上で、平均粒子径が1 μm以下のものが好ましい。

【0014】 前記炭化ケイ素粉の割合は0.5～30体積%が好ましい。この割合が0.5体積%未満の場合には炭化ケイ素添加の効果が十分に発揮されず、30体積%を越える場合には十分に緻密な焼結体が得られない。

【0015】 また、炭化ケイ素粉の粒子径は0.05 μm以下が好ましい。この粒子径が0.05 μmを越える場合には緻密な焼結体が得られない。

【0016】 本発明においては、前記各割合のα-サイアロン粉、窒化ケイ素粉及び炭化ケイ素粉を混合し、得られる混合粉末を各種成形方法により成形後、0.1～10気圧の窒素雰囲気中で焼結する。

【0017】この際焼結温度は1600～1900℃が好ましく、1650～1800℃が特に好ましい。1600℃未満の場合には十分に緻密化せず、1900℃を越える場合にはα-サイアロンや窒化ケイ素材が分解する。

【0018】

【作用】本発明においては、前記一般式で表わされるα-サイアロン粉、窒化ケイ素粉及び粒子径が0.05μm以下の炭化ケイ素粉を前記の各割合で使用するにより、0.1～10気圧下で焼結することができ、相対密度が95%以上の、緻密で、粒界相が少なく、高温強度、硬度及び靱性に優れた炭化ケイ素-窒化ケイ素複合材料が得られる。

【0019】以下、本発明を実施例により詳細に説明する。

【0020】

【実施例】α-サイアロン粉(Y_{0.5} Si_{9.75} Al_{2.25} O_{0.75} N_{15.25}) (平均粒子径2.0μm)、α-窒化ケイ素粉(平均粒子径0.5μm)及び高周波プラズマCVD法で合成した炭化ケイ素粉(粒子径0.01μm

m)を調合し、これらをメタノールを用いてボールミルにより混合した後、乾燥、解砕、成形(金型成形+CIP(コールドアイソティックプレス))として表1に示す組成の成形体(45×35×10mm)を得た。

【0021】得られた成形体を、1650～1850℃で4時間、1気圧の窒素雰囲気中で焼結した。

【0022】得られた焼結体を、JIS R-1601に準じた40×3×4mmの試験片に加工した後、この試験片について、密度、硬度、破壊靱性(IN法)及び4点曲げ強度(室温、1300℃)の測定を行い、その結果を表1に示す。

【0023】一方、比較として、窒化ケイ素粉を使用しない場合(比較例1)、炭化ケイ素粉を使用しない場合(比較例2)、窒化ケイ素粉及び炭化ケイ素粉のいずれも使用しない場合(比較例3)及び平均粒子径0.3μmの炭化ケイ素粉を使用する場合(比較例4)について、前記と同様の方法で混合、焼結して得られた焼結体の特性についても併せて表1に示す。

【0024】

【表1】

	組成 (体積%)			焼結温度 (°C)	密度 (%)	硬 度 (Hv)	破壊靱性 (MPa · m ^{1/2})	4点曲げ強度(MPa)	
	α-サイロン	α-窒化ケイ素	炭化ケイ素					室温	1300 °C
実施例1	40.0	50.0	10.0	1800	97	1800	7.0	760	760
実施例2	60.0	32.5	7.5	1775	99	1800	7.5	890	650
実施例3	60.0	32.5	7.5	1675	99	1870	6.5	650	650
比較例1	92.5	0	7.5	1775	99	1900	4.5	600	400
比較例2	60.0	40.0	0.0	1800	99	1550	6.5	650	370
比較例3	100.0	0.0	0.0	1750	99	1650	4.0	500	340
比較例4	60.0	32.5	7.5 (粒子径 0.3μm)	1850	90	1200	5.0	350	350

【0025】表1の結果より、本発明の炭化ケイ素-窒化ケイ素複合材料は、比較例の場合に比較して、その硬度、靱性、高温強度において優れていることが示される。

【0026】

【発明の効果】本発明によれば、前記一般式で表わされるα-サイアロン粉、窒化ケイ素粉及び粒子径が0.0

5μm以下の炭化ケイ素粉を特定の割合で使用して、0.1~10気圧の窒素雰囲気中で焼結することにより、相対密度が95%以上の、緻密で、粒界相が少なく、高温強度、硬度及び靱性に優れた炭化ケイ素-窒化ケイ素複合材料及びその製造方法を提供することができる。